

mL,加入大黄素对照品 1 mg,处理方法同上,供测定大黄素之用。回收率测定结果为 96.89%, $RS D=0.96\%$  ( $n=3$ )。

### 3 讨论

3.1 提取溶剂的选择:分别用氯仿、乙醇、石油醚作为口服液的提取溶剂提取大黄素,其中以氯仿效果最佳,其优点是提取效率高而且杂质含量少,其中与大黄素极性相近的成分少,薄层层析展开后斑点清晰,易于分离。对于薄荷的定性采用水蒸气蒸馏法提取挥发油,方法简便易于分离。

3.2 展开剂的选择:在大黄素的定性中分别用展开剂①石油醚(30℃~60℃)-乙酸乙酯-甲酸(15:5:1),②正己烷-乙酸乙酯-甲酸(30:10:1)展开于硅胶 GF<sub>254</sub>薄层层析,其中以①展开剂效果最佳,杂质斑点与大黄素完全分离,R<sub>f</sub>值适中。

3.3 盐酸量的影响:在口服液调酸性过程中,以 pH 值为 2 最佳,pH 过高影响苷的水解,影响大黄素的

收率。

3.4 HPLC测定样品时,开始以甲醇-0.1%高氯酸(10:90,15:85)为流动相,发现在大黄素峰前有难以分离的杂峰干扰,最后改用甲醇-0.1%高氯酸(20:80)为流动相,分离效果好, $t_R$ 适中。在用 HPLC法进行分析时,在阴性对照液色谱图中大黄素位置处无峰存在,在阳性对照液的色谱图中大黄素  $t_R$  与样品液中大黄素  $t_R$  近似相等,说明在大黄素吸收峰位置处无其它成分的干扰,此分析方法可靠。

### 参考文献

- 1 王雪峰,郑俊华,陈青云.中国中药杂志,1995,32(12):719
- 2 黄佑嘉,郑剑红.中成药,1996,18(2):13
- 3 王宝琴.中成药质量标准与标准物质研究.北京:中国医药科技出版社,1994:158
- 4 何丽一.药学报,1980,15(9):555
- 5 曹爱民,沙明,张振学,等.中国中药杂志,1997,22(2):107
- 6 罗文敏.药物分析杂志,1989,9(5):259
- 7 洪有坤.中成药,1996,18(4):38
- 8 杨梓懿,易卫峰.中成药,1991,13(12):19

(1999-12-19收稿)

## 双波长薄层扫描法测定痹通宁冲剂中黄芪甲苷的含量

北京中医药大学药厂(100029)

马桂荣 古梅 薄少英

痹通宁冲剂是由黄芪、丹参、当归等 8 味中药材精制而成,具有益气、活血、化瘀之功效。为保证该产品质量,以君药黄芪中主要有效成分黄芪甲苷为质控指标,采用双波长薄层扫描法测定该方中黄芪甲苷的含量,结果满意。

### 1 仪器与试剂

岛津 CS-930 薄层扫描仪(日本);硅胶 G(青岛海洋化工厂);黄芪甲苷对照品(中国药品生物制品检定所);痹通宁冲剂(本厂研究室提供);其它试剂均为 AR 级。

### 2 实验条件

2.1 薄层层析条件:硅胶 G 板,展开剂:醋酸乙酯-丁酮-甲酸-水(6:1:1:1);显色剂:10%硫酸乙醇液(105℃烘约 10 min)。

2.2 扫描条件:选用双波长反射法锯齿型扫描  $\lambda_S=530\text{ nm}$ ,  $\lambda_R=700\text{ nm}$ ,狭缝宽度 1.2 mm×1.2 mm,  $S_X=3$ ,灵敏度 2。

### 3 方法与结果

3.1 对照品溶液的制备:取在 60℃真空干燥的黄芪甲苷对照品适量,精密称量,加 80%乙醇制成 0.5

mg/mL 的溶液,作为对照品溶液。

3.2 标准曲线的制备:用定量毛细管吸取黄芪甲苷对照品 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0  $\mu\text{L}$ ,分别点于同一薄层板上,按上述条件展开,显色,扫描。以峰面积积分值为纵坐标,以点样量为横坐标绘制标准曲线。计算回归方程为  $Y=969.60X+998.91$ ,  $r=0.9997$ 。黄芪甲苷的线性范围 1~5  $\mu\text{g}$ 。

3.3 样品溶液的制备:取样品约 5 g,精密称量,置具塞大离心管中,加水 15 mL 使溶解,加乙醚提取 2 次,每次 15 mL,离心,弃去乙醚液,水液挥去乙醚,用水饱和的正丁醇提取 4 次,每次 15 mL,合并正丁醇液,用 5%碳酸氢钠溶液洗涤 2 次,弃去水层,正丁醇液用水洗 2 次,置水浴上蒸去正丁醇,残渣加水 5 mL 溶解,加于已处理的中性氧化铝柱上,用 70%乙醇 80 mL 洗脱,收集洗脱液,置水浴上蒸干,残渣加 80%乙醇使溶解,定量转移至 5 mL 量瓶中并稀释至刻度。

3.4 样品测定:精密吸取上述样品溶液 10  $\mu\text{L}$ ,对照品液 8  $\mu\text{L}$ ,分别点于同一薄层板上,展开,显色,扫描测定。结果见表 1。

表 1 样品中黄芪甲苷的含量

| 批 号    | 黄芪甲苷含量 (mg /g) | RSD(%) |
|--------|----------------|--------|
| 970409 | 0.13           | 2.18   |
| 970410 | 0.12           | 3.07   |
| 970513 | 0.15           | 2.32   |
| 970515 | 0.14           | 3.14   |
| 970801 | 0.12           | 2.80   |

3.5 加样回收率试验:精密称取已知含量的同一批号样品,准确加入黄芪甲苷对照品适量,依法测定,计算回收率。测定结果平均回收率为 98.29%,  $RSD=1.40\%$  ( $n=5$ )

3.6 稳定性考察:取样品溶液 8 $\mu$  L 点于薄层板上,展开,显色,每隔 30 min 测定一次,延续 3 h,结果表

明在该条件下 3 h 内黄芪甲苷的含量基本无变化,  $RSD=1.68\%$ 。

3.7 精密度考察:精密吸取样品溶液 8 $\mu$  L,在同一块硅胶 G 薄层板上共点 5 个点,展开,显色,扫描测定其吸光度,结果  $RSD=2.91\%$  ( $n=5$ )

4 讨论

通痹宁冲剂由多味中药组成,由于黄芪甲苷的含量较低,干扰成分多,经乙醚脱脂,正丁醇提取再经碳酸氢钠洗涤和柱层析的纯化,背景干扰基本无影响。

(1999-11-27 收稿)

参麦注射液中人参皂苷含量测定

苏州医学院附属第二医院 (215004)

张全英\* 施爱明 袁心慧

参麦注射液由人参、麦冬提取制成,临床上用于治疗休克、冠心病、病毒性心肌炎、慢性肺心病、粒细胞减少症等。人参皂苷是其主要成分之一,我们采用柱层析提取及分光光度法,测定参麦注射液中人参皂苷的含量,比较不同厂家参麦注射液的质量。

1 仪器及药品

2401 型紫外可见分光光度计 (日本岛津公司); ZTC4 型大孔吸附树脂 (天津正天成澄清技术有限公司);人参皂苷 Re 对照品 (中国药品生物制品检定所);参麦注射液 (浙江某药厂及四川某药厂,以下分别称 A 厂和 B 厂);化学试剂均为分析纯。

2 实验方法

2.1 对照品溶液的制备:配制人参皂苷 Re 2 mg/mL 的甲醇溶液。

2.2 标准曲线的制备:精密取对照品溶液 0, 10, 20, 40, 80, 120, 160 $\mu$  L, 分别置 10 mL 具塞试管中,热风吹干,加 5% 香草醛冰醋酸溶液-高氯酸 (2:8) (临用新配)的混合液 1.0 mL,于 60 $^{\circ}$ C 恒温水浴放置 15 min,取出后冰水冷却,加入冰醋酸 5.0 mL,混匀,立即分光光度法 544 nm 测定,以第一管空白为对照。绘制标准曲线,计算得回归方程为:  $A=4.303C-0.0278$ ,  $r=0.9998$ 。

2.3 供试品溶液的制备:精密吸取参麦注射液 1 mL,于已处理好的大孔树脂柱中,先用蒸馏水 30

mL 洗脱,弃去水液,再用 75% 乙醇 60 mL 洗脱,收集洗脱液,蒸干,加乙醇溶解并定量转移至 10 mL 容量瓶中,加乙醇稀释至刻度,为供试品溶液。

2.4 重现性试验:精密吸取参麦注射液 1 mL,同供试品制备方法处理,在相同条件下平行测定同一批号参麦注射液样品 5 份,求得  $RSD$  为 1.68%。

2.5 回收率试验:精密吸取同一批号的参麦注射液 1 mL 共 3 份,加入人参皂苷 Re 对照品溶液 0.1 mL,同供试品溶液制备方法处理并测定,回收率为 99.37%,  $RSD$  为 1.25%。

2.6 供试品的测定:精密吸取供试品溶液 1 mL 于具塞试管中,蒸干,加 5% 香草醛冰醋酸-高氯酸 (2:8) (临用新配)的混合液 1.0 mL,于 60 $^{\circ}$ C 恒温水浴中放置 15 min,取出置冰水中冷却,加入冰醋酸 5.0 mL,混匀,立即在 544 nm 处测定吸光度,按标准曲线计算出供试品溶液中人参皂苷的含量。

2.7 不同厂家参麦注射液中人参皂苷的含量:见表 1。

表 1 不同厂家参麦注射液中人参皂苷含量比较

| 厂家  | 规格       | 批号       | 人参皂苷含量 ( $\mu$ g/mL) | RSD (%) |
|-----|----------|----------|----------------------|---------|
| A 厂 | 10 mL/支  | 980613-2 | 2.075                | 1.35    |
| A 厂 | 50 mL/瓶  | 980713-8 | 1.831                | 1.64    |
| B 厂 | 10 mL/支  | 980202-1 | 1.310                | 1.08    |
| B 厂 | 100 mL/瓶 | 980203   | 1.452                | 1.72    |

\* 张全英 女,1985年毕业于中国药科大学,获学士学位,现任副主任药师,主要从事临床药学研究工作,参加固本生血丸、清脑片、宫复合剂等研制,并进行药效学研究和制剂质量标准的制订。建立“HPLC法同时测定三种抗癫痫药物血药浓度”等体内药物浓度监测方法,并进行药物配伍与稳定性等研究工作。